

Docket No. 246303US3X/ims



ITW

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Yoshiaki KINEMUCHI, et al.

GAU: 1772

SERIAL NO: 10/726,539

EXAMINER:

FILED: December 4, 2003

FOR: GRADING POROUS STRUCTURE AND ITS PROCESS

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS  
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

COUNTRY  
JAPAN

APPLICATION NUMBER  
2003-163027

MONTH/DAY/YEAR  
June 6, 2003

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number  
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s) .
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,  
MAIER & NEUSTADT, P.C.

C. Irvin McClelland

Registration No. 21,124

Joseph A. Scafetta, Jr.  
Registration No. 26, 803

Customer Number

22850

Tel. (703) 413-3000  
Fax. (703) 413-2220  
(OSMMN 05/03)

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日            2 0 0 3 年   6 月   6 日  
Date of Application:

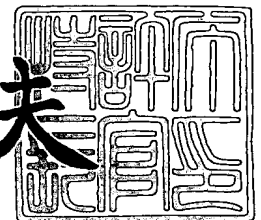
出 願 番 号            特 願 2 0 0 3 - 1 6 3 0 2 7  
Application Number:  
[ST. 10/C]:            [ J P 2 0 0 3 - 1 6 3 0 2 7 ]

出   願   人            独立行政法人産業技術総合研究所  
Applicant(s):           新東バイセラックス株式会社

2 0 0 3 年 1 2 月   3 日

許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康 夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 336N03044

【特記事項】 特許法第 3 0 条第 1 項の規定の適用を受けようとする特  
許出願

【提出日】 平成15年 6月 6日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B82B 3/00  
C25D 11/04  
C23C 28/02

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ヶ洞 2 2 6 6 番  
地の 9 8 独立行政法人産業技術総合研究所中部センタ  
ー内

【氏名】 杵鞭 義明

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市守山区大字下志段味字穴ヶ洞 2 2 6 6 番  
地の 9 8 独立行政法人産業技術総合研究所中部センタ  
ー内

【氏名】 渡利 広司

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市緑区青山 2 丁目 1 4 5 番地の 2

【氏名】 内村 勝次

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県蒲郡市拾石町中屋敷 2 4 番地の 9

【氏名】 石黒 裕之

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県新城市川田字山田平 3 7 番地 2 7

【氏名】 森光 英樹

## 【特許出願人】

【持分】 070/100  
【識別番号】 301021533  
【氏名又は名称】 独立行政法人産業技術総合研究所

## 【特許出願人】

【持分】 030/100  
【識別番号】 300068834  
【氏名又は名称】 新東ブイセラックス株式会社

## 【代理人】

【識別番号】 100102004  
【弁理士】  
【氏名又は名称】 須藤 政彦  
【電話番号】 03-5202-7423

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 053327  
【納付金額】 6,300円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1  
【物件名】 図面 1  
【物件名】 要約書 1

【その他】 国等以外のすべての者の持分の割合 0 3 0 / 1 0 0

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 気孔傾斜多孔質体の作製方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粉末成形体あるいは多孔体の試料を回転体内に設置し、回転体の高速回転運動により粉末成形体あるいは多孔体に遠心力を加え、同時に加熱し、遠心力により発生する試料内の圧力勾配を利用することにより、気孔径及び気孔率が徐々に変化する気孔傾斜構造を有する多孔質体を作製することを特徴とする気孔傾斜多孔質体の作製方法。

【請求項 2】 上記試料を構成する材料が、セラミックス、金属又はプラスチック、あるいはこれらの複合材料により構成されることを特徴とする請求項 1 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

【請求項 3】 遠心力により発生する試料内の圧力勾配を調整することにより、気孔径及び気孔率の微構造を制御することを特徴とする請求項 1 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

【請求項 4】 多孔質体が、バルク状又は膜状の形態を有することを特徴とする請求項 1 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

【請求項 5】 遠心力下の材料に発生する圧力による試料の収縮率（収縮量と元の大きさとの比）を算出し、その値に基づいて、試料の気孔径及び気孔率を予測して製作条件を工程パラメータとして設定し、このパラメータに基づいて、所定の気孔径及び気孔率を有する気孔傾斜多孔質体を設計し、作製することを特徴とする請求項 1 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

【請求項 6】 下記の式：

【化 1】

$$(\text{線収縮率}) = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (1)$$

$\Delta l$ : 収縮した長さ

$l_0$ : 元の長さ

により算出される線収縮率に基づいて試料の気孔径及び気孔率を予測することを特徴とする請求項 5 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

【請求項 7】 球状粒子の液相焼結で焼結が拡散律速で進行する場合に、下記の式：

【化 2】

$$s = \left[ \frac{3k_2 \delta D_L C_o V_o}{r_p^3 RT} \left( \frac{2\gamma_{LV}}{k_1 r_p} + P \right) \right]^{\frac{1}{3}} \cdot t^{\frac{1}{3}} \quad (5)$$

$k_1, k_2$ : 形状定数

$D_L$ : 液相中の拡散係数

$V_o$ : 溶質のモル体積

$r_p$ : 初期粉末粒径

$T$ : 絶対温度

$P$ : 遠心圧力

$\delta$ : 液相厚さ

$C_o$ : 液相への溶解量

$\gamma_{LV}$ : 液相気相界面表面エネルギー

$R$ : 気体定数

$t$ : 焼結時間

(但し、遠心圧力とは、遠心力により発生する圧力で、試料形状及び試料内の場所の変数である。)

により算出される収縮率 ( $S$  ( $\xi_i$ ))、場所の関数)に基づいて、試料の気孔径及び気孔率を予測することを特徴とする請求項 6 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

【請求項 8】 請求項 1 から 7 のいずれかに記載の方法により作製された、遠心力により発生する試料内の圧力勾配に対応して気孔径及び気孔率の微構造が制御されたことを特徴とする気孔傾斜多孔質体。

【請求項 9】 多孔質体が、バルク状又は膜状の形態を有することを特徴とする請求項 8 記載の気孔傾斜多孔質体。

【請求項 10】 請求項 8 又は 9 記載の気孔傾斜多孔質体を構成要素として

含むことを特徴とする構造部材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、気孔構造が徐々に変化するような多孔質体の作製方法に関するものであり、更に詳しくは、気孔径及び気孔率が徐々に変化するようにより高精度に制御された微構造を有する気孔傾斜多孔質体を製造することを可能とする新規気孔傾斜多孔質体の製造方法及びその多孔質体に関するものである。

本発明は、フィルターや電極の材料として広く利用されている重要物質である多孔質体の製造技術分野において、試料の微細構造を傾斜的に高精度に制御して変化させた所望の気孔傾斜構造を設計し、製作することを可能とすると共に、実質的に材料の種類に制限されることなく適用可能な新しい気孔傾斜多孔質体の製造技術を提供するものとして有用である。

【0002】

【従来の技術】

一般に、多孔質体は、フィルターや電極材料として広く利用されている。この多孔質体の特性は、気孔率及び気孔径といった微構造により大きく変化することがわかっており、目的にあった適切な構造を作製する必要がある。特に、気孔構造が徐々に変化する気孔傾斜多孔質体は、相反する特性を同時に満たすことができるなどの特長があり、非常に有用な構造物である。

【0003】

従来の技術では、多くの場合、作製条件を段階的に変化させることにより、層状構造を有する多孔質体を作製されており、例えば、傾斜構造を有する金属多孔体とその製造方法及びそれを用いた電池用基板（例えば、特許文献1参照）が提案されている。しかし、この種の方法の場合、作製工程は複雑になり、また、理想的な傾斜構造が得られないという本質的な問題がある。他に、アルミニウムの陽極酸化を利用し多孔質体を作製する方法があり、例えば、多孔質層及びデバイス、並びにその製造方法（例えば、特許文献2参照）が提案されている。

【0004】

しかし、この種の方法の場合、陽極酸化時の化成電圧を連続的に変化させることにより、構造が傾斜的に変化する多孔質体を得ることができるが、材料は、酸化アルミニウムに限られるという欠点がある。また、スラリーの乾燥工程中における濃度勾配を利用し、傾斜構造を作製する方法があり、例えば、傾斜機能金属基複合材料製造用複合強化材の製造法（例えば、特許文献3参照）が提案されている。しかし、この種の方法では、所望の構造を得るためには、スラリーのレオロジー、乾燥中の物質移動等を詳細に検討する必要がある、所望の構造を得ることは実質上非常に難しいという問題がある。

#### 【0005】

##### 【特許文献1】

特開平11-176451号公報

##### 【特許文献2】

特開2003-011099号公報

##### 【特許文献3】

特開平07-062470号公報

#### 【0006】

##### 【発明が解決しようとする課題】

このような状況の中で、本発明者らは、上記従来技術に鑑みて、上記従来技術における諸問題を抜本的に解決することを可能とする新しい気孔傾斜多孔質体を作製する技術を開発することを目標として鋭意研究を重ねた結果、粉末成形体あるいは多孔体に遠心力を加え、同時に加熱する方法を採用することにより所期の目的を達成し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

本発明の目的は、所望の気孔傾斜構造を有する多孔質体を、種々の材料に対して、容易に作製可能となる新しい技術を提供することにある。更に、本発明は、所望の構造を得るための工程パラメータを容易に決定する手段を与えるものである。

#### 【0007】

##### 【課題を解決するための手段】

上記課題を解決するための本発明は、以下の技術的手段から構成される。



(1) 粉末成形体あるいは多孔体の試料を回転体内に設置し、回転体の高速回転運動により粉末成形体あるいは多孔体に遠心力を加え、同時に加熱し、遠心力により発生する試料内の圧力勾配を利用することにより、気孔径及び気孔率が徐々に変化する気孔傾斜構造を有する多孔質体を作製することを特徴とする気孔傾斜多孔質体の作製方法。

(2) 上記試料を構成する材料が、セラミックス、金属又はプラスチック、あるいはこれらの複合材料により構成されることを特徴とする前記(1)記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

(3) 遠心力により発生する試料内の圧力勾配を調整することにより、気孔径及び気孔率の微構造を制御することを特徴とする前記(1)記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

(4) 多孔質体が、バルク状又は膜状の形態を有することを特徴とする前記(1)記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

(5) 遠心力下の材料に発生する圧力による試料の収縮率(収縮量と元の大きさとの比)を算出し、その値に基づいて、試料の気孔径及び気孔率を予測して製作条件を工程パラメータとして設定し、このパラメータに基づいて、所定の気孔径及び気孔率を有する気孔傾斜多孔質体を設計し、作製することを特徴とする前記

(1) 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

(6) 下記の式:

【0008】

【化3】

$$(\text{線収縮率}) = \frac{\Delta l}{l_0} \quad (1)$$

$\Delta l$ : 収縮した長さ

$l_0$ : 元の長さ

## 【0009】

により算出される線収縮率に基づいて試料の気孔径及び気孔率を予測することを特徴とする請求項5記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

(7) 球状粒子の液相焼結で焼結が拡散律速で進行する場合に、下記の式:

## 【0010】

## 【化4】

$$s = \left[ \frac{3k_2 \delta D_L C_o V_o}{r_p^3 RT} \left( \frac{2\gamma_{LV}}{k_1 r_p} + P \right) \right]^{\frac{1}{3}} \cdot t^{\frac{1}{3}} \quad (5)$$

$k_1, k_2$ : 形状定数

$D_L$ : 液相中の拡散係数

$V_o$ : 溶質のモル体積

$r_p$ : 初期粉末粒径

$T$ : 絶対温度

$P$ : 遠心圧力

$\delta$ : 液相厚さ

$C_o$ : 液相への溶解量

$\gamma_{LV}$ : 液相気相界面表面エネルギー

$R$ : 気体定数

$t$ : 焼結時間

## 【0011】

(但し、遠心圧力とは、遠心力により発生する圧力で、試料形状及び試料内の場所の変数である。)

により算出される収縮率 (S (xi)、場所の関数) に基づいて、試料の気孔径及び気孔率を予測することを特徴とする請求項6記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法。

(8) 前記(1)から(7)のいずれかに記載の方法により作製された、遠心力により発生する試料内の圧力勾配に対応して気孔径及び気孔率の微構造が制御されたことを特徴とする気孔傾斜多孔質体。

(9) 多孔質体が、バルク状又は膜状の形態を有することを特徴とする前記(8)記載の気孔傾斜多孔質体。

(10) 前記(8)又は(9)記載の気孔傾斜多孔質体を構成要素として含むこ

とを特徴とする構造部材。

#### 【 0 0 1 2 】

##### 【発明の実施の形態】

次に、本発明について更に詳細に説明する。

本発明では、粉末成形体や均一な気孔を有する多孔体などからなる試料に、遠心加速度を加えながら加熱することにより、所望の気孔径及び気孔率を有する気孔傾斜多孔質体を作製する。材料内には、遠心力の勾配が発生するが、この勾配を利用することにより、徐々に微構造が変化する多孔質体を作製することが可能となる。遠心力は、回転体の回転数により任意に調整できるため、本発明は、所望の所望の気孔径及び気孔率を有する傾斜構造が容易に得られるという特徴がある。

#### 【 0 0 1 3 】

図 1 に本発明の方法に用いられる装置の一例を示す。この装置は、回転体 3 とそれを支える軸受け 2、回転駆動源であるモーター 1、試料を加熱するヒーター 5、チェンバー 6、測温部 7 により構成される。試料は、回転体 3 に設置され、その回転運動により遠心力を受ける。試料に働く遠心力は、回転中心から離れる箇所ほど増大するため、試料内部に圧力勾配が発生する。この圧力は、焼結や塑性流動（クリープ）などを促進するため、換言すれば物質の移動や拡散を促進するために、圧力の高い箇所ほど、相対密度が高く気孔径が小さい気孔構造となる。したがって、遠心力下で試料を加熱することにより、容易に気孔傾斜多孔質体を得ることができる。また、このような現象は、材料の種類に制限されることなく全ての材料で起こるため、本発明の方法は、材料の制限を全く受けず、種々の材料に適応可能である。

#### 【 0 0 1 4 】

ただし、その傾斜構造は、加熱時間中に刻々と変化するため、所望の構造を得るための適切な条件を設定する必要がある。その基本的な方法を以下に記載する。前述したとおり、遠心力下の材料に発生する圧力は、場所の関数であり、したがって、その圧力による収縮率も場所の関数となる。ここで、収縮率とは、収縮量と元の大きさとの比を意味し、収縮率を知ることにより、気孔率・気孔径を予

測することができる。例えば、線収縮率は、以下の式（１）：

【 0 0 1 5】

【化 5】

$$(\text{線収縮率}) = \frac{\Delta l}{l_o} \quad (1)$$

$\Delta l$ ：収縮した長さ

$l_o$ ：元の長さ

【 0 0 1 6】

で表される。ここで  $\Delta l$  は、試料中の各部分の収縮量の総和であるから、以下の式（２）のようにも記載することができる。

【 0 0 1 7】

【化 6】

$$\frac{\Delta l}{l_o} = \frac{\Delta l_1 + \Delta l_2 + \cdots + \Delta l_i + \cdots + \Delta l_{n-1} + \Delta l_n}{l_o} \quad (2)$$

【 0 0 1 8】

ここで、 $\Delta l_i$  は試料の各部分における収縮量であり、これは、収縮率（ $s$ （ $\xi_i$ ）、場所の関数）と各部分の長さ（ $\Delta x_i$ ）の積であるから、更に変形して、以下の式（３）：

【 0 0 1 9】

【化 7】

$$\begin{aligned}\frac{\Delta l}{l_o} &= \frac{1}{l_o} [s(\xi_1)\Delta x_1 + s(\xi_2)\Delta x_2 + \cdots + s(\xi_i)\Delta x_i + \cdots + s(\xi_{n-1})\Delta x_{n-1} + s(\xi_n)\Delta x_n] \\ &= \frac{1}{l_o} \sum_i^n s(\xi_i)\Delta x_i\end{aligned}\quad (3)$$

【0 0 2 0】

$\Delta x_i$  微小部分にとれば、以下の式 (4) :

【0 0 2 1】

【化 8】

$$\frac{\Delta l}{l_o} = \frac{1}{l_o} \int_{l_o} s(\xi_i) dx \quad (4)$$

【0 0 2 2】

となり、これが遠心力下での収縮率の表現となる。ここでは、積分範囲を試料全体としているので、試料全体の収縮率を表している。各部分の収縮率を求めるには、その範囲を求める部分に対応させればよい。また、収縮率  $s(\xi_i)$  は、その材料の収縮を律速する機構にあわせて適宜選択すればよい。例えば、球状粒子の液相焼結で焼結が拡散律速で進行する場合は、以下の式 (5) のようになる。

【0 0 2 3】

## 【化 9】

$$s = \left[ \frac{3k_2 \delta D_L C_o V_o}{r_p^3 RT} \left( \frac{2\gamma_{LV}}{k_1 r_p} + P \right) \right]^{\frac{1}{3}} \cdot t^{\frac{1}{3}} \quad (5)$$

$k_1, k_2$ : 形状定数

$D_L$ : 液相中の拡散係数

$V_o$ : 溶質のモル体積

$r_p$ : 初期粉末粒径

$T$ : 絶対温度

$P$ : 遠心圧力

$\delta$ : 液相厚さ

$C_o$ : 液相への溶解量

$\gamma_{LV}$ : 液相気相界面表面エネルギー

$R$ : 気体定数

$t$ : 焼結時間

## 【0024】

ここで、遠心圧力とは、遠心力により発生する圧力で、試料形状及び試料内の場所の変数である。

例えば、液相焼結において、溶解・再析出過程が焼結を律速する場合は、上記の関係を用いて、所望の構造を得るための製作条件を決定することができる。他の過程が焼結を律速する場合（粒子再配列機構、固相拡散、クリープなど）、これらの機構における加圧力の影響を、式（4）へ代入することにより、構造の定量化が可能となる。

## 【0025】

本発明のプロセスは、バルク状又は膜状の形態を有する構造体への適用が可能であり、また、物質移動が加圧圧力により影響される系（実質的に全ての材料にあてはまる）に、応用が可能である。複合材料に、本発明を適応する場合には、マトリックス材料と分散材料の比重差に注意する必要がある。すなわち、高い遠心力を加えた場合、塑性変形が律速となるため、比重の軽い物質が回転中心に近い側へ偏析するようになる。意図的にこのような組成の傾斜を求める場合は、このままでもよいが、均一な組成を得たい場合には、圧力を下げ（すなわち、回転速度を下げ）、塑性変形が律速とならないような条件で作製すればよい。

## 【0026】

本発明の方法において、粉末成形体としては、好適には、例えば、プレス成形体、シート成形体、押出成形体等が例示される。また、多孔体としては、好適には、例えば、上記成形体を脱脂して得られる均一な気孔を有する多孔体、メソポア多孔体、マクロポア多孔体等が例示されるが、これらに制限されない。回転体としては、例えば、モーターによる回転駆動力で回転可能に設置された適宜の回転体が用いられる。上記粉末成形体あるいは多孔体を回転体の適宜の位置に設置し、回転体を高速回転させることにより粉末成形体あるいは多孔体に所定の遠心力を加える。この場合、回転体の回転速度としては500～100,000rpm、また、遠心力としては0.1～100MPaが好適である。しかし、本発明は、これらに制限されるものではない。

## 【0027】

本発明では、上記遠心力下で、粉末成形体あるいは多孔体を加熱（焼結）するが、この場合の加熱条件は、0.5～0.9 $T_M$ が好適である。また、加熱方式としては、抵抗加熱、誘導加熱、マイクロ波加熱、赤外線加熱、レーザ加熱等が例示される。しかし、本発明は、これらに制限されるものではない。

本発明では、粉末成形体あるいは多孔体の種類及び組成、回転体の回転速度、遠心力、加熱温度、加熱速度、加熱時間等の条件を焼結速度論に基づき適宜調節することにより、試料の気孔径及び気孔率を制御することができる。本発明の方法は、好適には、例えば、原料として、セラミックス（例えば、SiC、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、ムライト、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、チタン酸バリウム、ZrO<sub>2</sub>等）、金属（例えば、SUS、銅、アルミニウム、ニッケル、銀、パラジウム等）又はプラスチック（例えば、ポリスチレン、アクリル、ポリエチレン、ポリプロピレン、エポキシポリイミド等）を使用し、例えば、各種の粉末を適宜の組成で混合し、ペーストを調製し、スクリーン印刷して、製膜することによって、粉末成形体あるいは多孔体を調製し、これらの試料を本発明の方法で処理して、例えば、気体分離膜、DPF、電極材料等に好適な気孔傾斜多孔体を作製するのに適用できるが、これらに制限されるものではない。

## 【0028】

本発明では、バルク状又は膜状の形態を有する多孔質体を作製することができる。前者は、例えば、試料を粉末プレス、押出成形法、スリップキャストニング、及び射出成形法等で処理することにより作製できる。また、後者は、試料をスクリーンプリンティング、押出成形法、及びスリップキャストニング等で処理することにより作製できる。

本発明は、遠心力下の材料に発生する圧力による試料の収縮率（収縮量と元の大きさとの比）を算出し、その値に基づいて、試料の気孔径及び気孔率を予測して製作条件を工程パラメータとして設定し、このパラメータに基づいて、所定の気孔径及び気孔率を有する気孔傾斜多孔質体を設計し、作製することができる。例えば、上記式（1）により算出される線収縮率に基づいて試料の気孔径及び気孔率を予測することができる。

#### 【0029】

また、例えば、球状粒子の液相焼結で焼結が拡散律速で進行する場合に、上記式（5）により算出される収縮率に基づいて、試料の気孔径及び気孔率を予測することができる。そして、これらの予測に基づいて製作条件を設定し、これらの製作条件に基づいて、所望の気孔径及び気孔率を有する気孔傾斜多孔質体を設計し、作製することができる。

これらの方法により、遠心力により発生する試料内の圧力勾配に対応して気孔径及び気孔率の微構造が高精度に制御された気孔傾斜多孔質体を得られる。これらの気孔径及び気孔率の微構造は、これらの使用目的に応じて任意に設計すればよい。本発明によれば、これらの気孔傾斜多孔質体を構成要素として含むフィルター、電極材料、断熱材料等の各種の構造部材を提供することができる。

#### 【0030】

##### 【実施例】

次に、実施例に基づいて本発明を具体的に説明するが、本発明は、以下の実施例によって何ら限定されるものではない。

##### 実施例 1

$\text{SiO}_2$  粉末に、助剤としてホウ素（ $\text{H}_3\text{BO}_3$  16 mass%）及びナトリウム（ $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  3.9 mass%）を添加し、プレスにより粉末



成形体 ( $\phi 10 \times t 4$  mm, 2 g) を作製した。該成形体に、 $84 \text{ km/s}^2$  の遠心加速度を加えながら、 $800^\circ\text{C}$  まで加熱し、1,000 分保持した後、冷却し、気孔傾斜多孔質体を得た。図 2 に、その断面写真を示す。ここで、1 は試料表面（表面では遠心力はほとんど働かない）からの距離を示している。写真中、黒い箇所が気孔を示している。気孔率及び気孔径が徐々に変化していく気孔構造が作製できることがわかる。

#### 【0031】

##### 実施例 2

実施例 1 と同条件で試料を作製し、試料密度の場所依存性を測定した。これを図 3 に示す。1 は試料表面（表面では遠心力はほとんど働かない）からの距離、 $\rho$  は各場所の相対密度（＝〔試料密度〕／〔理論密度〕）を示している。ここで、各場所の密度は画像解析により測定した。表面からの距離が増加するにつれ、密度が徐々に増加していることがわかる。また、気孔率は（ $1 - \text{〔相対密度〕}$ ）であり、この結果は、気孔率が徐々に減少していることも示している。

#### 【0032】

##### 実施例 3

前述の実施条件をもとに、試料中に形成される気孔構造を計算により予測した。その結果を図 3 に実線で示す。計算値と実際の構造は非常に良く一致している。このことより、気孔構造はあらかじめ予測が可能であり、本発明の方法により所望の気孔構造が得られることがわかる。

#### 【0033】

##### 【発明の効果】

以上詳述したように、本発明を用いることにより、1) 容易に気孔構造の傾斜した多孔質体を製造することができる、2) 本発明の方法は、原理上、全ての材料に対して適応が可能である、3) その傾斜気孔構造も、回転数を変化させることにより自在に制御することが可能となる、4) 得られる気孔構造は、予測可能であり、所望の気孔構造を得るための条件をあらかじめ求めることができる、5) 収縮率に基づいて気孔率・気孔径を予測し、所望の気孔構造を作製することができる、という効果が奏される。

**【図面の簡単な説明】****【図 1】**

図 1 は、装置の概略図を示す。

**【図 2】**

図 2 は、遠心加圧方向に沿った試料の断面写真〔左から試料表面（ $l = 0 \text{ mm}$ ）、中央（ $1 \text{ mm}$ ）、試料最下面付近（ $2 \text{ mm}$ ）〕であり、写真中の黒い箇所が気孔である。

**【図 3】**

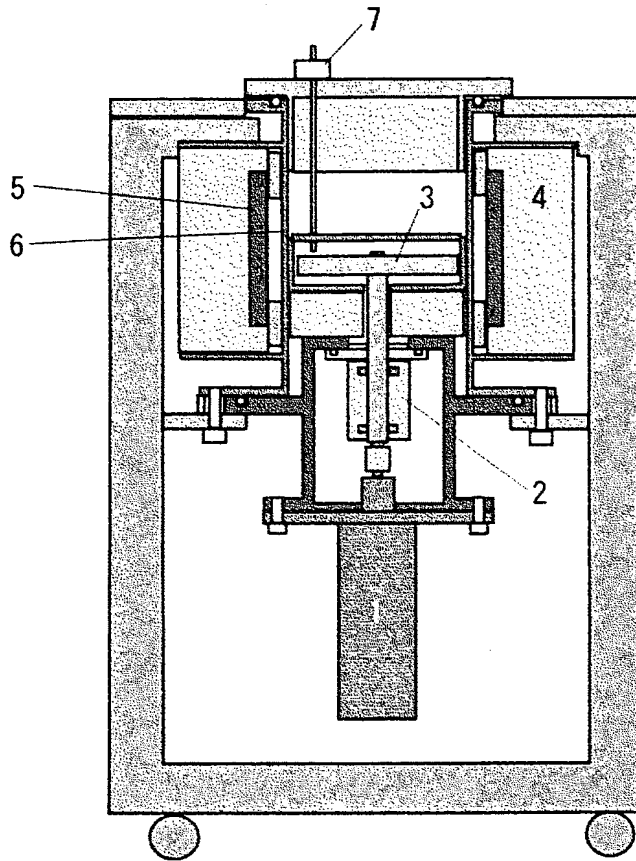
図 3 は、遠心加圧方向に沿った密度分布であり、 $l$  は試料表面からの距離、 $\rho$  は密度を示す。

**【符号の説明】**

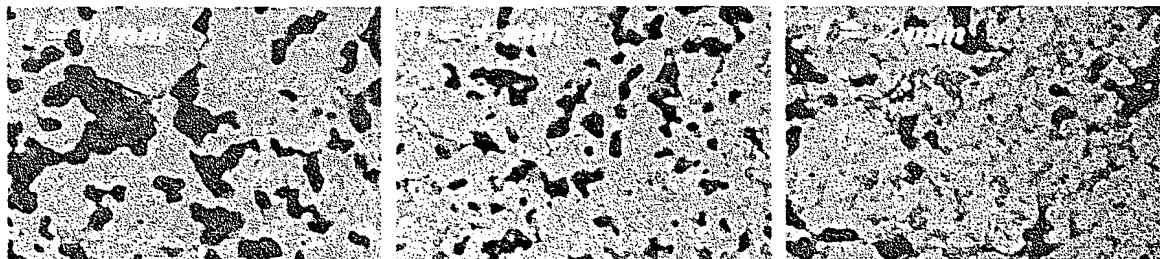
- 1 モーター
- 2 軸受け
- 3 回転体
- 4 断熱材
- 5 ヒーター
- 6 チェンバー
- 7 測温部

【書類名】 図面

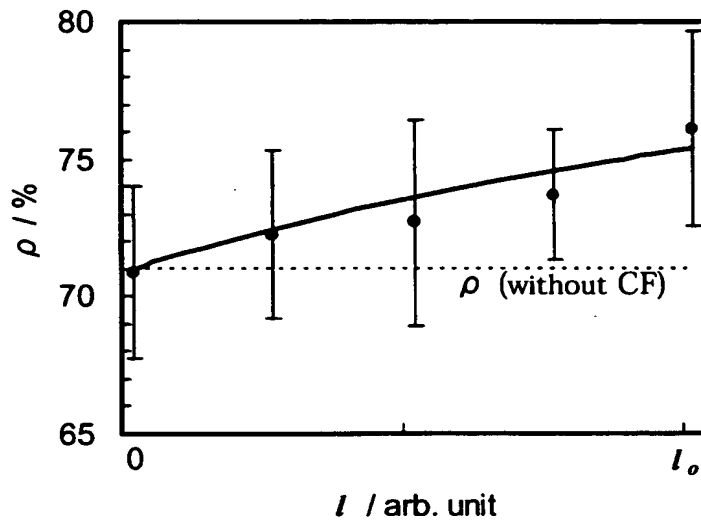
【図 1】



【図 2】



【図 3】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 気孔傾斜多孔質体の作製方法を提供する。

【解決手段】 粉末成形体あるいは多孔体の試料を回転体内に設置し、回転体の高速回転運動により粉末成形体あるいは多孔体に遠心力を加え、同時に加熱し、遠心力により発生する試料内の圧力勾配を利用することにより、気孔径及び気孔率が徐々に変化する気孔傾斜構造を有する多孔質体を作製することを特徴とする気孔傾斜多孔質体の作製方法、下記の式：

【化 1】

により算出される線収縮率に基づいて試料の気孔径及び気孔率を予測することを特徴とする請求項 5 記載の気孔傾斜多孔質体の作製方法、及び上記方法により作製された気孔傾斜多孔体。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 1 6 3 0 2 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 3 0 1 0 2 1 5 3 3 ]

1. 変更年月日

2 0 0 1 年 4 月 2 日

[変更理由]


新規登録

住 所

東京都千代田区霞が関 1 - 3 - 1

氏 名

独立行政法人産業技術総合研究所



特願 2 0 0 3 - 1 6 3 0 2 7

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[ 3 0 0 0 6 8 8 3 4 ]

1. 変更年月日

2 0 0 0 年 9 月 1 日

[変更理由]

新規登録

住 所

愛知県豊川市穂ノ原三丁目1番地

氏 名

新東ブイセラックス株式会社